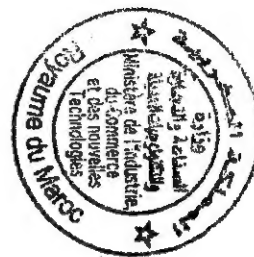


Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats

Qualification des fines

Essai au bleu de méthylène



Norme Marocaine homologuée

Par arrêté conjoint du Ministre de l'Industrie, du Commerce et des Nouvelles Technologies et du Ministre de l'Équipement et du Transport N° 21-08 du 7 Janvier 2008, publié au B.O. N° 5606 du 21 Février 2008.

Cette norme annule et remplace la norme NM 10.1.141/1995.

Correspondance

La présente norme est en large concordance avec la norme NF EN 933-9/1999.

Modifications

Par rapport au document destiné à être remplacé, l'essai est réalisé sur la fraction 0/2 d'un sable et non sur les fines extraites du sable. De plus, un mode opératoire est introduit pour effectuer l'essai sur la fraction 0/0,125 mm.

Examinée et adoptée par le comité technique de normalisation des produits de carrières
Editée et diffusée par le Service de Normalisation Industrielle Marocaine (SNIMA)

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	3
2 Références	3
3 Termes et définitions	3
4 Principe	4
5 Réactifs	4
6 Appareillage	4
7 Préparation des prises d'essai	5
8 Mode opératoire	5
8.1 Description du test à la tache	5
8.2 Préparation de la suspension	5
8.3 Détermination de la quantité de colorant adsorbée	5
9 Calcul et expression des résultats	6
10 Rapport d'essai	6
10.1 Informations obligatoires	6
10.2 Informations facultatives	6
Annexe A (normative) Mode opératoire pour la détermination de la valeur de bleu de méthylène sur la fraction 0/0,125 mm (MB_F)	7
Annexe B (informative) Essai de conformité par rapport à une valeur spécifiée (MB)	8
Annexe C (normative) Préparation de la solution à 10 g/l de bleu de méthylène	9
Annexe D (normative) Mode opératoire pour la détermination de la valeur de bleu de méthylène de la kaolinite (MB_K)	10
Annexe E (informative) Exemple de feuille d'essai	11

1 Domaine d'application

La présente de norme décrit une méthode d'essai permettant de déterminer la valeur de bleu de méthylène de la fraction 0/2 mm dans les sables ou le tout-venant (MB). Un mode opératoire pour la détermination de la valeur de bleu de méthylène sur la fraction 0/0,125 mm (MB_F) est décrit dans l'annexe A.

2 Références

NM 10.1.710 Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats — Méthodes de réduction d'un échantillon de laboratoire.

NM 10.1.704 essais pour déterminer les propriétés générales des granulats — Équipement commun et étalonnage.

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 sous-échantillon de laboratoire

échantillon obtenu selon une procédure de réduction de l'échantillon

3.2 prise d'essai

échantillon utilisé dans sa totalité pour un seul essai

3.3 fines

fraction granulométrique d'un granulat passant au tamis de 0,063 mm

3.4 granulat élémentaire

partie d'un granulat passant à travers le plus grand de deux tamis et retenue sur le plus petit

NOTE La limite inférieure peut être zéro.

3.5

masse constante

masse obtenue après séchage et pesées successives espacées d'au moins 1 h ne différant pas de plus de 0,1 %

NOTE Dans de nombreux cas, la masse constante peut être obtenue après séchage d'une prise d'essai en étuve à (110 ± 5) °C pendant une période prédéterminée. Des essais en laboratoire peuvent déterminer le temps nécessaire pour obtenir la masse constante pour des échantillons de tailles et de types variés selon la capacité de séchage de l'étuve utilisée.

4 Principe

Des doses d'une solution de bleu de méthylène sont ajoutées successivement à une suspension de la prise d'essai dans l'eau. L'adsorption de la solution colorée par la prise d'essai est vérifiée après chaque addition de solution en effectuant un test à la tache sur du papier filtre pour déceler la présence de colorant libre.

Lorsque la présence de colorant libre est confirmée, la valeur de bleu de méthylène (MB ou MB_F) est calculée et exprimée en grammes de colorant adsorbé par kg de la fraction granulaire testée.

NOTE Une vérification de conformité en injectant en une seule fois la quantité spécifiée de bleu de méthylène peut être utilisée comme étape d'un procédé de contrôle de production et est décrite en annexe B.

5 Réactifs

5.1 Solution colorée de bleu de méthylène de qualité ordinaire ou technique à $(10 \pm 0,1)$ g/l (voir annexe C). La durée maximale d'utilisation de la solution doit être de 28 jours. Elle doit être conservée à l'abri de la lumière.

5.2 Eau déminéralisée ou distillée.

5.3 Kaolinite, de valeur de bleu de méthylène connue (MB_K) (voir annexe D).

NOTE Il y a lieu d'utiliser une kaolinite de valeur de bleu connue entre 1 g et 2 g pour 100 g de kaolinite pour éviter une utilisation trop importante de colorant.

6 Appareillage

Tous les appareils doivent être conformes aux prescriptions générales de la NM 10.1.704.

6.1 Burette, d'une capacité de 100 ml ou de 50 ml et graduée en 1/10 ml ou 1/5 ml ou deux micro-pipettes, de 5 ml et 2 ml.

6.2 Papier-filtre, quantitatif et sans cendres ($< 0,010\%$) ; 95 g/m^2 ; épaisseur 0,20 mm ; vitesse de filtration : 75 secondes ; taille des pores : 8 μm .

6.3 Tige de verre, longueur : 300 mm ; diamètre : 8 mm.

6.4 Agitateur à ailettes, capable de vitesses de rotation contrôlées variables pouvant atteindre (600 ± 60) tr/min avec 3 ou 4 ailettes de (75 ± 10) mm de diamètre.

NOTE D'autres types d'agitateurs peuvent être utilisés s'il peut être prouvé que les résultats obtenus sont corrélés avec les résultats produits lors de l'utilisation d'un agitateur comme spécifié ci-dessus.

6.5 Balance, précise à 0,1 % de la masse de la prise d'essai.

6.6 Chronomètre, gradué en secondes.

6.7 Tamis, avec des ouvertures de 2 mm avec tamis de protection (si nécessaire).

6.8 Bécher, en verre ou en plastique, d'une capacité d'environ 1 l à 2 l.

6.9 Fiole en verre d'une capacité de 1 l.

6.10 Étuve ventilée, thermostatée pour maintenir une température de $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$.

6.11 Thermomètre gradué en degré Celsius.

6.12 Spatule.

6.13 Dessiccateur.

7 Préparation des prises d'essai

Les échantillons de laboratoire doivent être réduits conformément à la NM 10.1.710 pour obtenir un sous-échantillon contenant au moins 200 g de la fraction 0/2 mm.

Sécher le sous-échantillon à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante et le laisser refroidir.

Passer le sous-échantillon séché au tamis de 2 mm, muni le cas échéant, du tamis de protection et utiliser une brosse à tamis pour s'assurer de la séparation et de la récupération de toutes les particules de la fraction 0/2 mm.

Éliminer toutes les particules retenues au tamis de 2 mm et, si nécessaire, réduire la fraction passant au tamis de 2 mm conformément à la NM 10.1.710 pour obtenir une prise d'essai d'une masse d'au moins 200 g. La masse de la prise doit dépasser 200 g mais pas d'une valeur exacte prédéterminée.

Peser la prise d'essai et noter la masse au gramme près (M_1).

8 Mode opératoire

8.1 Description du test à la tache

Après chaque injection de colorant, le test à la tache consiste à prélever à l'aide de la tige de verre une goutte de la suspension et de la déposer sur le papier filtre. La tache qui se forme est composée d'un dépôt central de matériau, en général d'une couleur bleue foncée, entouré d'une zone humide incolore.

La quantité de suspension prélevée par la goutte doit permettre d'obtenir un dépôt dont le diamètre est compris entre 8 mm et 12 mm.

Le test est considéré comme positif si, dans la zone humide, une auréole bleue claire persistante d'environ 1 mm apparaît autour du dépôt central.

NOTE L'auréole sera visible à l'approche du point final mais peut disparaître à nouveau, en raison du temps nécessaire aux matériaux argileux pour adsorber complètement le colorant. C'est la raison pour laquelle le point final doit être confirmé en répétant le test à la tache toutes les minutes pendant 5 min sans ajout de solution de colorant.

8.2 Préparation de la suspension

Verser (500 ± 5) ml d'eau distillée ou d'eau déminéralisée dans le bécher et ajouter la prise d'essai séchée en remuant bien avec la spatule.

Agiter la solution de colorant (voir 5.1) ou bien la mélanger uniformément. Remplir la burette de solution colorée et placer la solution restante dans un endroit sombre.

Régler l'agitateur sur la vitesse de 600 tr/min et positionner les ailettes à environ 10 mm du fond du bécher.

Mettre en marche l'agitateur et déclencher le chronomètre, agiter le contenu du bécher pendant 5 min à (600 ± 60) tr/min, puis (voir 8.3) agiter continuellement à (400 ± 40) tr/min pendant la poursuite de l'essai.

Si la quantité de fines présentes dans la prise d'essai ne permet pas d'obtenir une auréole, il convient d'ajouter la kaolinite avec un supplément de solution colorée, comme suit :

- ajouter dans le bécher $(30,0 \pm 0,1)$ g de kaolinite (5.3), séchée à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ à masse constante ;
- ajouter V' ml de solution colorée dans le bécher où $V' = 30 MB_K$, est le volume de solution colorée adsorbée par 30 g de kaolinite.

8.3 Détermination de la quantité de colorant adsorbée

Poser le papier-filtre (6.2) sur le dessus d'un bécher, ou d'un autre support approprié, de façon à ce que la plus grande partie de sa surface ne soit pas en contact avec du solide ou du liquide.

Après une agitation de 5 min à (600 ± 60) tr/min, introduire dans le bécher une dose de 5 ml de solution de colorant (voir 5.1) ; agiter à (400 ± 40) tr/min pendant au moins 1 min et effectuer un test à la tache sur le papier filtre (voir 8.1). Si après l'ajout des premiers 5 ml de solution de colorant l'auréole n'apparaît pas, effectuer une autre addition de 5 ml de solution de colorant, continuer à agiter pendant 1 min, et faire un autre test à la tache. Si aucune auréole n'est visible, continuer à agiter, en alternant les ajouts de colorants et les périodes de mélange jusqu'à apparition d'une auréole. Lorsque ce stade est atteint, continuer à agiter et sans autre ajout de solution de colorant, effectuer des tests à la tache toutes les minutes.

Si l'auréole disparaît durant les quatre premières minutes, ajouter une autre dose de 5 ml de solution de colorant. Si l'auréole disparaît à la cinquième minute, ajouter seulement 2 ml de solution de colorant. Dans tous les cas, continuer l'agitation et les tests à la tache jusqu'à ce qu'une auréole reste visible pendant 5 min.

Enregistrer le volume total de solution de colorant, V_1 , ajouté pour obtenir une auréole qui est restée visible pendant 5 min, à 1 ml près.

NOTE Il convient de nettoyer les récipients précautionneusement avec de l'eau dès que les essais sont finis. Il convient d'éliminer toutes les traces de détergent utilisé pour nettoyer par un rinçage soigneux. Il est recommandé que les récipients utilisés pour l'essai au bleu de méthylène soient réservés spécifiquement à cet essai.

9 Calcul et expression des résultats

La valeur de bleu de méthylène, MB , exprimée en grammes de colorant par kilogramme de fraction 0/2 mm est obtenue à l'aide de l'équation suivante :

$$MB = \frac{V_1}{M_1} \times 10$$

où :

M_1 est la masse de la prise d'essai, en grammes ;

V_1 est le volume total de solution de colorant injectée, en millilitres.

Enregistrer la valeur MB à 0,1 g près de colorant par kilogramme de fraction 0/2 mm.

Si l'essai est effectué avec ajout de kaolinite, l'équation indiquée plus haut devient :

$$MB = \frac{V_1 - V'}{M_1} \times 10$$

où :

V' est le volume de la solution de colorant adsorbée par la kaolinite, en millilitres.

NOTE 1 Le facteur 10 dans les équations ci-dessus convertit le volume de solution colorée utilisée en masse de colorant adsorbée par kg de la fraction granulaire testée.

NOTE 2 Un exemple de feuille d'essai est donné en annexe E.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations indiquées en 10.1 et peut inclure celles indiquées en 10.2.

10.1 Informations obligatoires

- La référence de la présente norme ;
- l'identité du laboratoire ;
- l'identification de l'échantillon ;
- description du matériau testé ;
- la valeur MB ;
- date de réception de l'échantillon ;
- certificat d'échantillonnage, si disponible.

10.2 Informations facultatives

- nom et lieu de l'origine de l'échantillon ;
- description de la procédure de réduction de l'échantillon ;
- date de l'essai.

Annexe A

(normative)

**Mode opératoire pour la détermination
de la valeur de bleu de méthylène sur la fraction 0/0,125 mm (MB_F)**

A.1 Préparer les prises d'essai comme indiqué dans l'article 7 et suivre le mode opératoire de l'article 8, mais avec une prise d'essai de masse M_1 de $(30 \pm 0,1)$ g sur la fraction 0/0,125 mm.

A.2 Calculer la valeur de bleu de méthylène (MB_F) en grammes de colorant par kg de fraction 0/0,125 mm suivant :

$$MB_F = \frac{V_1}{M_1} \times 10$$

où :

M_1 est la masse de la prise d'essai, en grammes ;

V_1 est le volume total de solution colorée ajoutée, en millilitres.

A.3 Noter la valeur de MB_F à 0,1 g près de colorant par kg de fraction 0/0,125 mm.

A.4 Les rapports d'essais devront mentionner les informations appropriées en accord avec l'article 10.

Annexe B
(informative)

Essai de conformité par rapport à une valeur spécifiée (MB)

Un contrôle de conformité à une valeur de *MB* spécifiée peut être réalisé en faisant un unique ajout de solution de bleu de la façon suivante :

Si la valeur spécifiée *MB* exprimée en grammes de colorant par kilogramme de la fraction 0/2 mm est *MB₁*, le volume de solution à introduire en une seule fois, *V₂*, est obtenu par la formule :

$$V_2 = \frac{MB_1 \times M_1}{10} + V'$$

où :

M₁ est la masse de la prise d'essai, en grammes ;

MB₁ est la valeur spécifiée *MB*, en grammes de colorant par kilogramme de la fraction 0/2 mm ;

V' est la valeur de la solution de colorant adsorbée par la kaolinite éventuellement ajoutée, en millilitres.

Après préparation d'une prise d'essai en accord avec l'article 7, il convient de préparer la suspension en utilisant la prise d'essai, l'eau, et si nécessaire la kaolinite, le tout en accord avec le point 8.2, mais en incluant *V₂* ml de solution colorée.

Il convient de réaliser le test à la tache après avoir agité la suspension pendant 8 min à (400 ± 40) tr/min. Si le test à la tache (voir 8.1) est positif, le sable peut être considéré comme conforme à la spécification.

Si ce test à la tache est négatif, il y a lieu d'effectuer la détermination complète décrite en 8.3.

Annexe C
(normative)

Préparation de la solution à 10 g/l de bleu de méthylène

C.1 Préparer la solution de colorant à 10 g/l conformément au mode opératoire détaillé en C.1.1 à C.1.7.

C.1.1 Utiliser du bleu de méthylène ; ($C_{16}H_{18}ClN_3S$, nH_2O ($n = 2$ à 3), pureté $\geq 98,5 \%$)

C.1.2 Déterminer la teneur en eau, W , de la poudre de bleu de méthylène de la manière suivante :

Peser environ 5 g de poudre de bleu de méthylène et noter la masse M_h à 0,01 g près.

Sécher la poudre à $(100 \pm 5) ^\circ C$ jusqu'à masse constante. Refroidir dans le dessiccateur, peser immédiatement après retrait du dessiccateur. Noter la masse sèche, M_g , à 0,01 g près.

Calculer et noter la teneur en eau, W à la décimale près, à l'aide de l'équation suivante :

$$W = \frac{M_h - M_g}{M_g} \times 100$$

où :

M_h est la masse de la poudre de bleu de méthylène, en grammes ;

M_g est la masse sèche de la poudre de bleu de méthylène, en grammes.

La teneur en eau doit être déterminée lors de la préparation de chaque nouveau lot de solution colorée.

C.1.3 Prélever une masse de poudre de bleu de méthylène égale à $[(100 + W)/10 \text{ g}] \pm 0,01 \text{ g}$ (équivalente à 10 g de poudre sèche).

C.1.4 Chauffer 500 ml à 700 ml d'eau distillée ou déminéralisée dans un bécher. La température n'excédant pas $40 ^\circ C$.

C.1.5 Agiter le contenu du bécher en ajoutant lentement la poudre de bleu de méthylène dans l'eau chaude. Continuer l'agitation pendant 45 min, jusqu'à dissolution complète de la poudre puis laisser refroidir jusqu'à environ $20 ^\circ C$.

C.1.6 Transvaser dans une fiole d'une capacité d'un litre. Rincer avec de l'eau distillée ou déminéralisée pour s'assurer que la totalité du colorant a été versée dans la fiole. S'assurer que la fiole et l'eau sont à la température de $(20 \pm 1) ^\circ C$ conformément à la capacité de la fiole et ajouter de l'eau distillée ou déminéralisée jusqu'à la graduation de 1 l.

C.1.7 Secouer la fiole pour s'assurer de la complète dissolution et verser le contenu dans un flacon de conservation en verre teinté.

C.2 Les indications suivantes doivent être inscrites sur le flacon de conservation :

- a) solution à 10 g/l de bleu de méthylène ;
- b) date de la préparation ;
- c) date limite d'utilisation.

C.3 La solution au bleu de méthylène ne doit pas être utilisée au delà de 28 jours après sa préparation. La solution de réserve de colorant doit être conservée à l'abri de la lumière.

Annexe D

(normative)

**Mode opératoire pour la détermination
de la valeur de bleu de méthylène de la kaolinite (MB_K)**

D.1 Sécher la kaolinite à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante.

D.2 Peser $(30 \pm 0,1)$ g de kaolinite sèche.

D.3 Verser les $(30 \pm 0,1)$ g de kaolinite dans le bécher (6.8) avec environ 500 ml d'eau déminéralisée ou distillée.

D.4 Agiter pendant 5 min à (600 ± 60) tr/min avec l'ailette environ 10 mm au dessus du fond du récipient, puis continuer à agiter à (400 ± 40) tr/min pendant la suite de cette détermination.

D.5 Ajouter une dose de 5 ml de solution à 10 g/l de colorant dans le bécher et après au moins 1 min d'agitation à (400 ± 40) tr/min effectuer un test à la tache (voir 8.1) sur le papier filtre.

D.6 Si nécessaire, continuer à ajouter la solution de colorant par doses de 5 ml jusqu'à obtention d'un résultat positif sans solution supplémentaire. Laisser s'effectuer l'adsorption de bleu de méthylène, qui n'est pas instantanée, en procédant aux tests à la tache toutes les minutes.

Si l'anneau bleu clair disparaît au cinquième test à la tache, d'autres doses de 2 ml doivent être ajoutées.

Chaque addition doit être suivie d'essais effectués toutes les minutes.

Ces opérations doivent être répétées jusqu'à ce que le test reste positif pendant 5 min consécutives. La détermination est alors terminée.

D.7 Noter le volume total, V' , de solution adsorbée en millilitres.

D.8 Calculer et noter la valeur de bleu de méthylène de la kaolinite à 0,1 g pour 100 g de kaolinite à l'aide de la formule suivante :

$$MB_K = \frac{V'}{30}$$

où :

V' est le volume total de solution de colorant absorbé, en millilitres.

NOTE Il convient d'effectuer un essai avec de la kaolinite dont la valeur MB_K est connue à intervalles réguliers pour vérifier la constance des résultats. Il convient que cette procédure soit aussi utilisée pour vérifier une nouvelle solution de colorant.

Annexe E
(informative)
Exemple de feuille d'essai

Identification de l'échantillon :	Laboratoire : Date : Opérateur :
-----------------------------------	--------------------------------------------

E.1 Masse sèche de la prise d'essai de fraction granulométrique 0/2 mm (au gramme près) M_1

$M_1 =$ g

E.2 Volume de solution adsorbée par la kaolinite (si utilisée), V'

$V' =$ ml

E.3 Quantité totale de solution de colorant ajoutée, V_1

$V_1 =$ ml

E.4 Valeur MB , exprimée en grammes de colorant par kg de grains de fraction 0/2 mm (voir article 9)

$MB =$